

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-306113

(43)Date of publication of application : 21.11.1995

(51)Int.Cl.

G01M 3/20

(21)Application number : 06-123245

(71)Applicant : NIPPON OIL & FATS CO LTD

(22)Date of filing : 13.05.1994

(72)Inventor : NAKANO MIKIO
TSUMURA SHUNJI
OKAZAKI HITOSHI**(54) LEAKAGE INSPECTING AGENT****(57)Abstract:**

PURPOSE: To provide leakage inspecting agent, which can readily detect the minute defects causing the water leakage of a welded part, a container and the like without a special device, in high detecting accuracy.

CONSTITUTION: Volatile solvent, white inorganic fine powders dispersed in the solvent, respectively, and water-soluble dye, which is not dissolved into solvent, are made the main components. The white inorganic fine powders of 50-60wt.% and the water soluble dye of 0.05-5wt.% are contained in this leakage inspecting agent. The agent is applied to the surface of the material under inspection and dried. When the dried coating film comes into contact with water, the film is colored.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

21.08.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3371541

[Date of registration]

22.11.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-306113

(43) 公開日 平成7年(1995)11月21日

(51) Int.Cl.⁶

G 0 1 M 3/20

識別記号

庁内整理番号

N

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平6-123245

(22) 出願日 平成6年(1994)5月13日

(71) 出願人 000004341

日本油脂株式会社

東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号

(72) 発明者 中野 幹夫

神奈川県川崎市幸区塚越4-345-3-229

(72) 発明者 津村 俊二

神奈川県横須賀市金谷2-14-1-506

(72) 発明者 岡崎 仁

埼玉県川口市差間1-14-19

(74) 代理人 弁理士 福田 武通 (外2名)

(54) 【発明の名称】 漏洩検査剤

(57) 【要約】

【目的】 溶接部分や容器等の水漏れを生ずる微細欠陥を高検出精度で容易に検出でき、且つ特別な装置を必要としない漏洩検査剤。

【構成】 揮発性溶剤と、該溶剤に夫々分散している白色無機微粉末類及び該溶剤に不溶の水溶性染料を主成分とし、白色無機微粉末類が5～60重量%、水溶性染料が0.05～5重量%夫々含有される漏洩検査剤であって、検査物表面に塗布され、乾燥した塗膜は水と接触すると発色する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 検査物表面に塗布し、その乾燥塗膜が検査物内から漏れてくる水と接触した時に発色する、揮発性溶剤と、該溶剤に夫々分散している白色無機微粉末類及び該溶剤に不溶の水溶性染料を実質的主成分とし、白色無機微粉末類が 5.0～60 重量%、水溶性染料が 0.05～5.0 重量%含有されている漏洩検査剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、貫通欠陥を検出する検査剤に関するもので、特に大型タンク、容器類などの完成検査及び保守検査、パイプや配管の接続部等の検査剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】現在、漏れの原因となる貫通欠陥を検出する検査方法には種々の方法がある。圧力をかけた状態で気体の漏れを検出する方法としては、ヘリウム漏れ試験法、ハロゲン漏れ試験法、アンモニア漏れ試験法、発泡漏れ試験法等がある。しかしながら、これらの検査方法は、通常、検査容器内を密閉加圧することが必要となるため、事故につながりやすい安全上の問題があるばかりか開放タンクなどでは実施が困難となっている。又、検査物が水などで濡れていると信頼性が低下するため、検査前に充分乾燥させることも必要である。そのほか感度が高いとされるヘリウム漏れ試験法、ハロゲン漏れ試験法、アンモニア漏れ試験法は特別なガスを封入しなければならず機械や設備も必要で作業も大変であるという欠点もある。

【0003】液体を用いて漏れを検出する方法として一般的な試験方法には水張り試験がある。この方法は昔からタンクなどの製作時において漏れ、貫通欠陥の検査と共に、強度検査を兼ねて実施されてきた。しかしながら、この方法は漏れた箇所を目視するだけのため、極めて感度が低いのが欠点である。尚、水漏れ試験で感度をあげる方法としては、用いる水の中に浸透性をよくする界面活性剤や識別性をあげるためウラン等の水溶性蛍光染料の入った薬剤を水で 1000～10000 倍に希釈して添加し、暗いところで紫外線照射灯を照射しながら漏れ箇所を検出する方法があるが、この方法も感度的にはさほど高くはないこと、又、電源設備及び検査場所を暗くする必要があること、添加する薬剤の量が検査物容器の容量に比例するため、タンク類が大きくなると添加する薬剤が膨大となること、それによる排水は処理しなければ環境汚染の原因となることなどがあり殆ど使用されていないのが現状である。この他にも、液体を用いて漏れを検出する方法としては、種々の提案が行われているが、特殊な液体の使用や、検出感度、信頼性、作業性等の問題点も多い。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従って気体を使用した

漏れ検査法の欠点をなくした液体洩れの検査法として、水張り試験などで漏れてくる水を、事前に水に特別な薬剤などを添加することなく、又、特別な機械や装置を用いないで簡単に、しかも高い感度で微細な漏れ箇所及び貫通欠陥まで容易に見つける検査法が実用的に要求されている。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは研究の結果、前記検査法に好適な水漏洩検査剤を完成した。即ち本発明は、検査物表面に塗布し、その塗膜が検査物内から漏れてくる水と接触したときに変色する、揮発性溶剤と該溶剤に夫々分散している白色無機微粉末類及び該溶剤に不溶の水溶性染料を実質的主成分とし、白色無機微粉末類が 5.0～60 重量%、水溶性染料が 0.05～5.0 重量%含有されている漏洩検査剤に関する。

【0006】以下、本発明について更に詳細に説明する。検査物の貫通欠陥が微細の場合、検査物の中に水を満たしてもそれだけでは検査物表面に、水は必ずしも滲み出てこない。しかしながら本発明者らはその場合でも水自身は貫通欠陥を通して検査物表面に達していることが多いことを確認した。そこでその水を表面に滲み出させる手段について検討の結果、白色無機微粉末類を表面に塗布しておくことにより、その毛細管現象の力を利用することにより目的が達せられることを知った。又、滲み出した水の漏れだけをそのまま見るのでは、識別性が悪く感度が低いため、水と接触した部分が発色するような水溶性染料を添加した。又検査剤が塗布された際にできるだけ速く揮発させて、速やかに毛細管現象のおこる白色無機粉末類の乾燥塗膜を形成させる分散媒として揮発性溶剤を用いた。

【0007】分散させる微粉末の色を白色としたのは、漏れを示す発色した模様がバックが白であると見易いからである。又、無機微粉末としたのは、有機物では分散させた染料で粉が染色され好ましくないからである。微粉末の大きさについては、液を毛細管現象で吸い出し、拡大できる機能を果たせるものであれば良く、そのためには出来るだけ細かい粒子であることが望ましい。染料は漏れてきた水に溶けて可視光で発色し、それが白色無機微粉末に沿って拡がると共にその表面に吸着されるものを選択するのが好ましい。何故ならば、水に溶けて発色するだけならば、漏れる水の量が多過ぎると染料は新しく出てくる水で流されて指示模様の色が消えたり、薄くなってしまうからである。又、染料の粒子は出来るだけ微細なものを選択し、均一に分散させて使用する。

【0008】水溶性染料の量としては、0.05～5.0 重量%の範囲であれば漏洩検査剤としての性能を有し、指示模様は漏洩箇所と漏洩箇所以外との識別が目視によって容易に確認できる。但し、色調の濃さから、特に 0.5～3 重量%が好ましい。尚、0.05 重量%未満では、水との接触による発色が弱い漏洩箇所の識

別がしにくく、又、5.0重量%以上では、コストアップと検査物のバックグラウンドが染料により汚れるため漏洩個所と漏洩個所以外との識別がしにくくなる等の問題があり好ましくない。更に取り扱いに際し安全なものが良い。

【0009】水溶性染料としては、酸性染料、塩基性染料、直接染料、酸性媒染染料、反応染料、食品用色素等が挙げられる。例えば、夫々の染料について一般名で挙げると、酸性染料としては、ブリリアントスカーレット

3B (Brilliant Scarlet 3 B)、アシッドファストオレンジ SG (Acid Fast Orange SG)、アマランス (Amaranth)、アシッドローダミン B (Acid Rhodamine B)、エオシン G (Eosine G)、アシッドミリングレッド RS (Acid Milling Red RS)、アリザリンダイレクトブルー AGG (Alizarine Direct Blue AGG)、インジゴカルミンブルー G (Indigo Carmine Blue G)、アシッドミリングシアニン 5R (Acid Milling Cyanine 5R) 等を挙げることが出来る。塩基性染料としては、カチオンレッド 6B (Cation Red 6B)、カチオンピンク FG (Cation Pink FG)、クリスタルバイオレット (Crystal Violet)、メチレンブルー B (Methylene Blue B) 等を挙げることが出来る。

直接染料としては、ダイレクトファストスカーレット 4BS (Direct Fast Scarlet 4BS)、ベンゾパーブリン 4B (Benzopurpurine 4B)、ダイレクトファストオレンジ S (Direct Fast Orange S)、ダイレクトロージュリンレッド B (Direct Rhoduline Red B)、クロランチファストレッド 6BLL (Chlorantine Fast Red 6BLL)、シリアスレッド 4B、(Sirius Red 4B)、シリアススブラレッドバイオレット RL (Sirius Supra Red Violet RL)、シリアススブラバイオレット BL (Sirius Supra Violet BL)、ダイレクトスカイブルー 5B (Direct Sky Blue 5B) 等を挙げることが出来る。

酸性媒染染料としては、クロムオレンジ A (Chrome Orange A)、クロムオレンジ GR (Chrome Orange GR)、クロムレッド B (Chrome Red B)、クロムブリリアントレッド B (Chrome Brilliant Red B)、クロムブリリアントバイオレット R (Chrome Brilliant Violet R)、クロムブラウン PG (Chrome Brown PG) 等を挙げることが出来る。反応染料としては、リアクトンレ

ド 2B-F (Reactone Red 2B-F)、プロシオンルビン BS (Procion Rubine BS)、シバクロンバイオレット F2R-A (Cibacron Violet F2R-A)、プロシオンブリリアントブルー RS (Procion Brilliant Blue RS) 等を挙げることが出来る。食品用色素としては、食品用赤色2号、食品用赤色3号、食品用赤色102号、食品用赤色103号、食品用赤色104号、食品用赤色105号、食品用赤色106号等を挙げることが出来る。

【0010】本発明の漏洩検査剤において使用する白色無機微粉末類としては、漏洩個所と漏洩個所以外との識別のコントラストを良くするために白色度の高いもので水との接触で発色した染料を吸着する効果の大きいものが好ましい。例えば、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸バリウム、水酸化マグネシウム、酸化マグネシウム、酸化カルシウム、酸化チタン、ケイ酸、ケイ酸マグネシウム、合成ケイ酸アルミニウム、酸性白度、カオリン、ベントナイト、セリサイト等で粒径10ミクロン以下の白色無機微細粉末を好ましく挙げることが出来、これらの白色無機微粉末類を数種類混合して使用しても良い。白色無機微粉末類の量としては、検査剤中で5~60重量%の範囲が好ましい。5重量%未満では、バックグラウンドの白色度が弱く、漏洩個所の識別がしにくい等の問題が生じ、又、60重量%を越えると揮発性溶剤に白色無機微粉末類を分散させることが困難であると共に、塗布性が悪くなるため好ましくない。

【0011】本発明の漏洩検査剤において使用する揮発性溶剤としては、乾燥性が良く、粘性も低い、ペンタン、ヘプタン、ヘキサン、オクタン、トルエン、キシレン等の炭化水素系溶剤や、メタノール、エタノール、プロパノール等のアルコール類、アセトン等のケトン類、エーテル、エステル類や1,1,1トリクロロエタン等の塩素系溶剤等、数多くの有機溶剤が挙げられる。これらの溶剤は単独又は混合のどちらで使用するも良い。

尚、使用する揮発性溶剤については、出来るだけ水分が少ないものを使用するのがよい。何故ならば、水を多量に含有していると、染料が溶解し、水に接触しない状態でもその塗膜が着色するからである。本発明の漏洩検査剤の調整は、通常の攪拌機により、白色無機微粉末類と水溶性染料とを揮発性溶剤に充分分散出来るが、必要に応じて市販の分散剤を添加することも可能であり、効果的である。分散剤としては、商品名「ノニオンOP-80R」、「ノニオンLP-20R」、「ノニオンLT-221」、「ノニオンOT-221」(日本油脂(株)製)が好ましく挙げられる。尚、本発明の漏洩検査剤は、通常エアゾール缶に封入したエアゾールタイプや刷毛塗りタイプで使用される。尚、本発明の検査剤を調整する場合、構成成分の添加順序は検査剤の性能には関係がない。

【0012】

【発明の効果】本発明の効果は次の通りである。本発明の漏洩検査剤は、水張り検査物に対しても、その漏れに対しての検出感度が蛍光物質を添加する方法に比べても著しく高くなるため、微細な欠陥検出が可能となる。又、使用する水に薬剤を添加しないため、中に水が入った稼働中のタンクや配管類でも、水もれ検査が可能であると共に、保守検査でも水が入っていれば、密封しないでそのまま検査が可能である。しかも、検査が必要な部分にだけ塗布が可能であり、水全体に薬剤を添加するのに比べ、使用量が少なく、検査後の水の廃水処理など軽減されるメリットがある。更に、電源や検査面を暗くするなどの特別な設備を必要とせず容易に検査を行うことが出来る。

【0013】

【実施例】以下実施例及び比較例により具体的に説明する。但し、例中の部は重量部を示す。

実施例 1

1 Lの容器の中に市販の炭酸マグネシウム微粉末（粒径1～3ミクロン）10部と酸化チタン微粉末（粒径0.3～0.7ミクロン）15部とケイ酸微粉末2部（粒径1～2ミクロン）を秤取し、粉体混合した中に水溶性染料として食用赤色104号（三栄化学工業（株）製）

1.0部とノルマルヘプタン71部と分散剤（商品名「ノニオンOP-80R」, 日本油脂（株）製）1部とを入れ、通常の攪拌機を使用して1500RPMで30分攪拌し、良く混合分散させ、本発明漏洩検査剤を得た。得られた漏洩検査剤を同量のLPGと共に300ml

1のエアゾール缶に充填した。次に、溶接部の漏洩個所の大きさが $\phi 10\mu\text{m}$ 、2個所と $\phi 30\mu\text{m}$ 、1個所の穴のあいた大きさ250mm ϕ ×250mm×厚さ1mmの10Lステンレス容器を使用して容器内に水を9L張り、前記のエアゾール缶に充填した漏洩検査剤を溶接個所全面に40g/m²の塗布量で塗布し、1時間放置後に目視により観察した。その結果及び検査剤組成を表1に示す。漏洩個所は白いバックグラウンドに対して鮮明な赤色で発色指示され明瞭に確認出来た。

【0014】実施例 2

1 Lの容器の中に実施例1と同様の白色無機微粉末類27部を秤取して、粉体混合した中に水溶性染料として塩基性染料：Aizen Cathion Red 7BNH（保土谷化学工業（株）製）1.5部をノルマルヘプタン70.5部と分散剤（商品名「ノニオンLP-20R」, 日本油脂（株）製）1部とを入れ、通常の攪拌機を使用して1500RPMで30分攪拌し、良く混合分散させ、本発明の漏洩検査剤を得た。得られた漏洩検査剤を実施例1と同様に300mlのエアゾールに充填した。次に得られた漏洩検査剤を用いて実施例1で使

10

20

30

【0015】比較例 1

実施例1で使

【0016】実施例 3～5及び比較例 2～4

組成の異なる漏洩検査剤組成物を実施例1と同様にして作成し、同様な試験を行った結果を表-1に示す。

【0017】

【表1】

		実 施 例					比 較 例			
		1	2	3	4	5	1	2	3	4
白色無機微粉末類	炭酸マグネシウム *1	10	10			15		10	10	
	炭酸カルシウム *2			7		5				
	酸化チタン *3	15	15	20	25	15		15	15	
	ケイ酸 *4	2	2	3	2	2		2	2	
	セライト (平均粒径20 μ m)									20
溶性染料	食品用色素 *5	1.0						6.0	0.04	1.0
	塩基性染料 *6		1.5							
	酸性染料 *7			3.0						
	直接染料 *8				2.0					
	反応性染料 *9					2.5				
溶剤	ノルマルヘプタン	71	70.5	33	40			66	71.96	78
	ノルマルオクタン			33	30	60.5				
分散剤	ノニオンOP-80R *10	1		1				1	1	1
	ノニオンLP-20R *11		1							
	ノニオンNS-202 *12				1					
蛍光漏洩検査剤 *13							100			
結果	バックグラウンド (健全部) の色調	白色	白色	白色	白色	白色	—	ピンク色	白色	白色
	漏洩個所の色調	赤色	赤紫色	赤褐色	赤色	赤色	黄色	赤色	薄赤色	赤色
	にじみによる拡大 *14	有	有	有	有	有	無	有	有	無
	コトラスによる識別性	○	○	○	○	○	×	×	×	○
	漏洩欠陥検出性能 *15									

- *1 炭酸マグネシウム粒径 1～3ミクロン
 *2 炭酸カルシウム粒径 0.5～1.5ミクロン
 *3 酸化チタン粒径 0.3～0.7ミクロン
 *4 ケイ酸粒径 0.5～2ミクロン
 *5 食品用色素 食用赤色104号 (三栄化学工業 (株) 製)
 *6 塩基性染料 Aizen Cathilon Red 7BNH (保土谷化学工業 (株) 製)
 *7 酸性染料 Kayanol Red NBR (日本化薬 (株) 製)
 *8 直接染料 Kayanol Light Red F5B (日本化薬 (株) 製)
 *9 反応性染料 Sumifix Brilliant Red G special (住友化学工業 (株) 製)
 *10 ノニオンOP-80R (日本油脂 (株) 製)
 *11 ノニオンLP-20R (日本油脂 (株) 製)
 *12 ノニオンNS-202 (日本油脂 (株) 製)
 *13 ケイコーベネトール (主成分 ウラニン 界面活性剤、日本油脂 (株) 製)
 *14 にじみによる拡大の有無の確認は、1時間放置後目視により確認
 *15 漏洩欠陥検出性能は、1時間放置後目視により液の表面へ漏れる程度を確認
 性能評価 ○…漏れが明確に判る △…漏れが確認できるが見にくい ×…全く漏れが確認できない

【0018】実施例、比較例を対比すれば本発明の水漏*40*洩検査剤が実用的に優れていることが明らかである。

【手続補正書】

【提出日】平成6年6月16日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0005

【補正方法】変更

【補正内容】

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは研究の結果、前記検査法に好適な水漏洩検査剤を完成した。即ち本発明は、検査物表面に塗布し、その塗膜が検査物内から漏れてくる水と接触したときに発色する、揮発性溶剤と該溶剤に夫々分散している白色無機微粉末類及び該溶剤に不溶の水溶性染料を実質的主成分とし、白色無機微粉末類が5.0～60重量%、水溶性染料が0.05～

5. 0重量%含有されている漏洩検査剤に関する。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正内容】

【0011】本発明の漏洩検査剤において使用する揮発性溶剤としては、乾燥性が良く、粘性も低い、ペンタン、ヘプタン、ヘキサン、オクタン、トルエン、キシレン等の炭化水素系溶剤や、メタノール、エタノール、プロパノール等のアルコール類、アセトン等のケトン類、エーテル、エステル類や1, 1, 1トリクロルエタン等の塩素系溶剤等、数多くの有機溶剤が挙げられる。これらの溶剤は単独又は混合のどちらで使用しても良い。尚、使用する揮発性溶剤については、出来るだけ水分が少ないものを使用するのがよい。何故ならば、水を多量に含有していると、染料が溶解し、水に接触しない状態でもその塗膜が着色するからである。本発明の漏洩検査剤の調整は、通常の攪拌機により、白色無機微粉末類と

水溶性染料とを揮発性溶剤に充分分散出来るが、必要に応じて市販の分散剤を添加することも可能であり、効果的である。分散剤としては、商品名「ノニオンOP-80R」、「ノニオンLP-20R」、「ノニオンLT-221」、「ノニオンOT-221」（日本油脂（株）製）が好ましく挙げられる。尚、本発明の漏洩検査剤は、通常エアゾール缶に封入したエアゾールタイプや刷毛塗りタイプで使用される。尚、本発明の検査剤を調製する場合、構成成分の添加順序は検査剤の性能には関係がない。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

【補正内容】

【0017】

【表1】

		実 施 例					比 較 例			
		1	2	3	4	5	1	2	3	4
白色無機微粉系類	炭酸マグネシウム *1	10	10			15		10	10	
	炭酸カルシウム *2			7		5				
	酸化チタン *3	15	15	20	25	15		15	15	
	ケイ酸 *4	2	2	3	2	2		2	2	
	平均 (平均粒径20 μ m)									20
水溶性染料	食品用色素 *5	1.0						6.0	0.04	1.0
	塩基性染料 *6		1.5							
	酸性染料 *7			3.0						
	直接染料 *8				2.0					
	反応性染料 *9					2.5				
溶剤	ノルマルヘプタン	71	70.5	33	40			66	71.96	78
	ノルマルオクタン			33	30	60.5				
分散剤	ノニオンOP-80R *10	1		1				1	1	1
	ノニオンLP-20R *11		1							
	ノニオンNS-202 *12				1					
蛍光漏洩検査剤 *13							100			
結果	バックグラウンド (健全部) の色調	白色	白色	白色	白色	白色	—	ピンク色	白色	白色
	漏洩箇所付近の色調	赤色	赤紫色	赤褐色	赤色	赤色	黄色	赤色	薄赤色	赤色
	にじみによる拡大 *14	有	有	有	有	有	無	有	有	無
	コントラストの識別性	○	○	○	○	○	×	×	×	○
	漏洩欠陥検出性能 *15									
	$\phi 10\mu$ m	○	○	○	○	○	×	△	△	×
	$\phi 30\mu$ m	○	○	○	○	○	△	△	△	△

*1 炭酸マグネシウム粒径 1~3ミクロン

*2 炭酸カルシウム粒径 0.5~1.5ミクロン

*3 酸化チタン粒径 0.3~0.7ミクロン

*4 ケイ酸粒径 0.5~2ミクロン

*5 食品用色素 食用赤色104号 (三栄化学工業 (株) 製)

*6 塩基性染料 Aizen Cathilon Red 7BNH (保土谷化学工業 (株) 製)

*7 酸性染料 Kayanol Red NBR (日本化薬 (株) 製)

*8 直接染料 Kayanol Light Red F5B (日本化薬 (株) 製)

*9 反応性染料 Sumifix Brilliant Red G special
(住友化学工業 (株) 製)

*10 ノニオンOP-80R (日本油脂 (株) 製)

*11 ノニオンLP-20R (日本油脂 (株) 製)

*12 ノニオンNS-202 (日本油脂 (株) 製)

*13 ケイコーベネトール (主成分 ウラニン 界面活性剤、日本油脂 (株) 製)

*14 にじみによる拡大の有無の確認は、1時間放置後目視により確認

*15 漏洩欠陥検出性能は、1時間放置後目視により液の表面へ漏れる程度を確認
性能評価

○…漏れが明確に判る △…漏れが確認できるが見にくい ×…全く漏れが確認できない